

PAT-NO: JP411319546A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11319546 A
TITLE: METHOD AND APPARATUS FOR PLASMA
TREATMENT
PUBN-DATE: November 24, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
OKAMURA, TATSUJI	N/A
MURAYAMA, HITOSHI	N/A
AKIYAMA, KAZUYOSHI	N/A
TAKADA, KAZUHIKO	N/A
SHIRASAGO, TOSHIYASU	N/A
AOIKE, TATSUYUKI	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
CANON INC	N/A

APPL-NO: JP11066703

APPL-DATE: March 12, 1999

INT-CL (IPC): B01J019/08, C23C016/50 , G03G005/08 ,
H01L031/12 , H05H001/46

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To enable the mass production of a high quality light receiving member a method in which a reactor is installed freely movably on an orbit, a high frequency power supply system, a treatment gas supply system, and an exhaust system can be connected to the reactor, high frequency plasma is formed in the reactor, and plasma treatment is carried out

on a substrate.

SOLUTION: A substrate 1107, after being set to a substrate temperature control means 1108 by a charge stage 1201 in a reactor 1100, is joined to an exhaustor 1115. After joining, valves 1111, 1113 are opened, after the reactor 1100 being exhausted, the valves 1111, 1113 are closed, and the exhaustor 1115 is separated. Next, in a transfer stage 1202, the reactor 1100 is moved on a transfer rail 1104. When the reactor 1100 entered a film making chamber 1101, a valve 1114 is opened, and after the chamber 1101 being exhausted, bonding to an exhaustor 1116, a high frequency wave supply system (a power source 1111 and others), and a raw material gas supply system 1117 is done. A raw material gas and high frequency power are supplied with exhausting, and films accumulated on the substrate 1107 are formed.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-319546

(43) 公開日 平成11年(1999)11月24日

(51) Int.Cl. ⁹	識別記号	F I
B 0 1 J 19/08		B 0 1 J 19/08 H
C 2 3 C 16/50		C 2 3 C 16/50 B
G 0 3 G 5/08	3 0 1	G 0 3 G 5/08 3 0 1
H 0 1 L 31/12		H 0 1 L 31/12 B
H 0 5 H 1/46		H 0 5 H 1/46 B

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平11-66703

(22) 出願日 平成11年(1999) 3 月12日

(31) 優先権主張番号 特願平10-80550

(32) 優先日 平10(1998) 3 月13日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72) 発明者 岡村 竜次

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(72) 発明者 村山 仁

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(72) 発明者 秋山 和敬

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 荻上 豊規

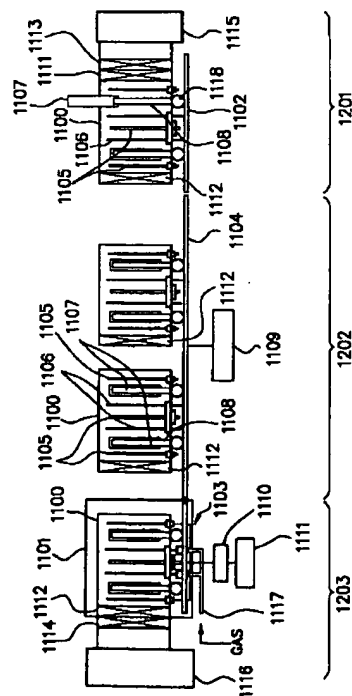
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 プラズマ処理方法及びプラズマ処理装置

(57) 【要約】

【目的】 優れた特性を有する機能性堆積膜を高タクトで効率よく形成し、高品質の光受容部材の量産を可能にする堆積膜形成方法に代表されるプラズマ処理方法を提供する。

【構成】 減圧可能な反応容器に高周波電力を印加する電極と、原料ガス導入手段と基体加熱制御手段を配置し、投入ステージにて前記反応容器内に基体を設置し反応容器内を排気した後、前記反応容器を投入ステージから切り離しプラズマ処理ステージに接合させた後にプラズマ処理を行う方法であって、反応容器は、少なくともレール上を移動しプラズマ処理ステージに接合し、高周波電力供給系、原料ガス供給系および排気系が反応容器に接合され、前記反応容器内に高周波プラズマが形成される。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 減圧可能な反応容器内に投入ステージにて基体を設置し反応容器内を排気した後、前記反応容器を投入ステージから切り離し処理ステージに接合させた後に前記基体上にプラズマ処理を行うプラズマ処理方法であって、前記反応容器は、軌道上を移動し処理ステージに接合し、高周波電力供給系、処理ガス供給系および排気系が前記反応容器に接合され、前記反応容器内にプラズマを形成し前記基体上にプラズマ処理を行うことを特徴とするプラズマ処理方法。

【請求項2】 前記反応容器は高周波電力を供給するための電極及び処理ガス導入手段を有する請求項1に記載のプラズマ処理方法。

【請求項3】 前記反応容器は更に基体加熱手段を有する請求項2に記載のプラズマ処理方法。

【請求項4】 前記投入ステージから前記処理ステージまで前記反応容器は軌道上を移動される請求項1に記載のプラズマ処理方法。

【請求項5】 前記投入ステージと前記処理ステージにおいて前記反応容器は軌道上を移動される請求項4に記載のプラズマ処理方法。

【請求項6】 前記軌道が電力供給手段を有し、該軌道から前記基体加熱手段に電力を供給して基体の温度制御を行う請求項3に記載のプラズマ処理方法。

【請求項7】 前記軌道は電力供給手段を有し、該軌道からの電力供給により前記反応容器内壁の温度制御を行う請求項1に記載のプラズマ処理方法。

【請求項8】 前記軌道は電力供給手段を有し、該軌道からの電力供給により高周波電力を供給する電極の温度制御を行う請求項2に記載のプラズマ処理方法。

【請求項9】 前記投入ステージで基体を順次設置し、前記処理ステージ前で反応容器を複数個待機させ、処理ステージでのプラズマ処理が終了次第順次処理ステージに接合し、プラズマ処理工程を繰り返す請求項1に記載のプラズマ処理方法。

【請求項10】 前記処理ステージ前の反応容器は軌道上に待機される請求項9に記載のプラズマ処理方法。

【請求項11】 前記プラズマ処理は堆積膜の形成を含む請求項1に記載のプラズマ処理方法。

【請求項12】 減圧可能な反応容器と該反応容器が結合、離脱可能な排気装置を有し、少なくともプラズマ処理ステージにおいて前記反応容器を移動するための軌道を有するプラズマ処理装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、プラズマ処理方法及びプラズマ処理装置に関する。詳細には本発明は、特に半導体デバイス、電子写真用感光体（または電子写真用光受容部材）、画像入力用ラインセンサー、撮像デバイス、光起電力デバイスなどに用いる、半導体膜や絶縁体

膜などの堆積膜の形成やエッチング処理に代表されるプラズマ処理方法及びプラズマ処理装置に関する。

【0002】

【従来の技術】像形成分野において、光受容部材における光受容層を形成する光導電材料については、高感度で、SN比〔光電流（ I_p ）／暗電流（ I_d ）〕が高く、照射する電磁波のスペクトル特性に適合した吸収スペクトルを有し、光応答性が早く、所望の暗抵抗値を有し、使用時において人体に対して無害であること、などの特性が要求される。特に、事務機としてオフィスで使用する電子写真装置内に組み込まれる電子写真用光受容部材の場合には、その使用時において無公害であることが重要な点である。こうした観点から、例えば水素または／およびハロゲン（例えばフッ素、塩素など）で補償されたアモルファスシリコン（ $a-Si$ ）で構成された電子写真用光受容部材が提案され、その中のいくつかは実用に付されている。当該アモルファスシリコン（ $a-Si$ ）は、上記の要求をほぼ満足し得ることに加えて、高耐久性であることから、電子写真用光受容部材の素材としては非常に優れている。しかしながら、現在広く普及している有機半導体（OPC）などで構成された電子写真用光受容部材と比較して、コストが比較的高いため、高品質のアモルファスシリコン電子写真用光受容部材を安定して大量に生産できる生産性の高い成膜方法および装置の開発が要望されている。アモルファスシリコン（ $a-Si$ ）の堆積膜の形成方法としては、さまざまな方法が提案されているが、その中で、原料ガスを直流、RF、VHF、マイクロ波などの電界により分解し基体上に堆積膜を形成するプラズマCVD法が、比較的容易に大面積の堆積膜が得られることから普及している。さらに近年、プラズマCVD法を用い、生産性の向上を目的とした堆積膜形成装置がいくつか提案されている。例えば、特開平2-197574号公報には、マイクロ波プラズマCVD法による堆積膜形成装置が開示されている。当該公報に記載の装置は、マイクロ波導入のための円形誘電体窓を有し、その誘電体窓を中心とする同心円上に配置された複数本の基体を同時に保持することができ、少なくとも堆積膜形成時において真空を維持することができる保持部材、ならびにこの保持部材を真空雰囲気中で搬送する手段を有している。さらに、当該公報には、該堆積膜形成装置は、基体を組み込む真空容器と、堆積膜形成を行う真空容器と、堆積膜形成後の基体を取り出すための真空容器と、保持部材を各真空容器へ移動させるための移動用真空容器を具備し、保持部材は順次各真空容器を移動し堆積膜形成が行われることが開示されている。この堆積膜形成装置によれば、反応容器を真空に保つことができるため、ある程度の生産性および量産性の向上、およびダストによる汚染の防止による堆積膜の品質向上が達成される。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このような装置においては、保持部材を反応容器内に移動する際の位置決めの問題など、移動のスピードに限界があるため、成膜サイクルにある程度限界がある。また、保持部材を堆積膜形成前に加熱する場合、反応容器内に移動した後に加熱後、堆積膜形成を行う場合、反応容器の占有時間が長くなり、非効率的であるという問題がある。こうした点を改善するために、加熱容器を設け、予め保持部材を加熱した後に反応容器に保持部材を移動させることも有効ではあるが、前述の理由より、移動時間に限界があるため、反応容器に移動するまでに保持部材の温度変化が特性に影響を及ぼす場合がある。さらに、近年では、電子写真装置本体の高性能化とともに、その多様化が進み、使用する電子写真用感光体については、これまで以上の高画質、高品質化とともに多種多様なバリエーションが求められてきている。また、最近においてはオフィスの省スペース化がユーザーの大きなニーズとなってきた。こうした動きの中で、電子写真装置本体の小型化に伴って、使用する電子写真用感光体について小径化が必要不可欠な状況にあり、コストダウンと共に、今まで以上の性能が要求されている。

【0004】

【発明の目的】本発明は、上述した問題点を解決し、生産性に優れた、堆積膜の形成方法に代表されるプラズマ処理方法を提供することを目的とする。本発明の他の目的は、堆積膜、とりわけ半導体デバイス、電子写真用光受容部材（電子写真用感光体）、画像入力用ラインセンサー、撮像デバイス、光起電力デバイスなどに用いる機能性堆積膜（半導体膜）、特に優れた画像性を有する良質の機能性堆積膜を、安価に安定して形成し得る、機能性堆積膜の形成方法に代表されるプラズマ処理方法を提供することにある。本発明の他の目的は、前記プラズマ処理方法を実施することのできるプラズマ処理装置を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、従来技術における上述した諸問題を解決し、上記目的を達成するものである。本発明により提供されるプラズマ処理方法は、減圧可能な反応容器内に投入ステージにて基体を設置し反応容器内を排気した後、前記反応容器を投入ステージから切り離し処理ステージに結合させた後に前記基体上にプラズマ処理を行う方法であって、前記反応容器は、軌道上を移動し処理ステージに接合し、高周波電力供給系、処理ガス供給系、および排気系が前記反応容器に接合され、前記反応容器内に高周波プラズマを形成し前記基体上にプラズマ処理を行うことを特徴とする。本発明は、また、該プラズマ処理方法を実施することのできるプラズマ処理装置を提供する。本発明により提供されるプラズマ処理装置は減圧可能な反応容器と該反応容器が結合、離脱可能な排気装置を有し、少なくともプラズマ

処理ステージにおいて前記反応容器を移動するための軌道を有することを特徴とする。尚、本発明においては、前記反応容器が移動する軌道、例えばレールが電力供給手段を有し、該レールから前記基体の加熱制御手段に電力を供給して基体の温度制御を行うようにすることができる。これにより、効率的でかつ良好なプラズマ処理、例えば、アモルファスシリコン（a-Si）からなる光受容部材の量産が可能である。また、本発明においては、前記レールからの電力供給により反応容器内壁の温度制御を行うことにより、より優れたプラズマ処理、例えば、電子写真特性および画像性を有するアモルファスシリコン（a-Si）からなる光受容部材（感光体）の量産が可能である。さらに本発明においては、前記レールからの電力供給により高周波電力を印加する電極の温度制御を行うことにより、さらに優れたプラズマ処理、例えば、電子写真特性および画像性を有するアモルファスシリコン（a-Si）からなる光受容部材（感光体）の量産が可能である。

【0006】また、本発明においては、前記投入ステージで基体を順次設置し、前記レール上で反応容器を複数個待機させ、プラズマ処理ステージでのプラズマ処理（堆積膜形成）が終了次第順次待機中の反応容器をプラズマ処理ステージに接合し、プラズマ処理工程を繰り返すことにより、堆積膜製品の製造タクトを向上させるとともに、装置の初期投資を抑えることが可能である。さらに本発明においては、多種多様なバリエーションのアモルファスシリコンドラムの製造にも対応可能である。例えば、従来装置においては、直径が異なるアモルファスシリコンドラムを作製する場合、装置の段取り替えなどに時間がかかり、非効率的であった。しかしながら、本発明によれば、それぞれの直径にあわせた反応容器を用意し、プラズマ処理ステージでの結合部を共通にしておけば連続に異なる直径のアモルファスシリコンドラムの作製が可能となる。これにより、直径の大小に関わらず、多種多様なバリエーションのアモルファスシリコンドラムを連続的に生産でき、さらには、生産本数の調整も容易となる。また、段取り替えなどのデッドタイムも減少し、生産コストの面でも有効である。

【0007】図1は、本発明を実施するに好適な量産型の堆積膜形成装置の一例を示す模式図である。以下、図1を用いて本発明を実施する手順の一例を説明する。図1に示す装置においては、軌道1102（レール）上の反応容器1100には予め高周波印加電極1105、原料ガス導入手段1106、基体温度制御手段1108が配置されている。反応容器1100に、まず投入ステージ1201にて基体1107（ここでは、円筒状基体）を基体温度制御手段1108にセッティングした後、排気装置1115に接合する。接合された後に、バルブ1111および1113を開け、反応容器1100内を充分排気した後、バルブ1111および1113を閉め、

反応容器1100は排気装置1115から切り離される。移動ステージ1202において、真空排気された反応容器1100は移動レール1104上を移動する。移動レール1104は、電源1109により通電されており、基体温度制御手段1108には移動レール1104から電力が供給され、円筒状基体1107の温度制御がなされる。円筒状基体1107は所望の温度に制御されながら、反応容器1100は成膜ステージ1203の成膜チャンバー1101内に移動する。反応容器1100が成膜チャンバー1101に入った時点でまずバルブ1114を開け成膜チャンバー1101内を充分排気し、次に反応容器1100は排気装置1116、高周波供給系(電源1111およびマッチングボックス1110)、原料ガス供給系1117に結合する。それぞれに結合がなされた後に、バルブ1112を開け、排気しながら原料ガスおよび高周波電力を反応容器1100内に供給し円筒状基体1107上に堆積膜の形成を行う。堆積膜形成が終了した後、反応容器1100はそれぞれの結合部から切り離され、取り出し工程(不図示)へと移動する。成膜ステージ1203へは、移動レール1104上で待機中の次なる反応容器1100が連結され、上記の成膜工程が開始される。こうして、反応容器1100は投入工程、レール上を移動(円筒状基体温度制御工程)、成膜工程を連続的に繰り返すことにより良好な光受容部材(感光体ドラム)の量産が可能となる。

【0008】図2は本発明の別の実施例を示す模式的説明図である。図1の装置と異なる点は移動ステージ1202に移動レール1104を設けていない点である。図2に示されるように移動ステージ1202を自由に移動可能にすることで、装置構成により一層自由度を持たせることが可能になる。

【0009】図3および図4は、それぞれ、本発明の方式を用いない場合の量産型の堆積膜形成装置の一例を示す模式図である。図3の装置は、投入ステージ2101から成膜ステージ2103を手動で反応容器2100を移動させるタイプの量産装置の一例を示す模式図である。図3に示す装置においては、反応容器2100に、まず投入ステージ2102にて円筒状基体2107を基体温度制御手段2108にセッティングした後、排気装置2115に接合する。接合された後に、バルブ2111および2113を開け、反応容器2100内を充分排気した後、円筒状基体2107を所望の温度に加熱した後、バルブ2111および2113を閉め、反応容器2100は排気装置2115から切り離される。切り離した反応容器2100は手動で成膜ステージ2103の成膜チャンバー2101内に移動させる(移動ステージ2102)。反応器2100を成膜チャンバー2101の所定の位置に移動させ、ついで、まずバルブ2114を開け成膜チャンバー2101内を充分排気した後、バルブ2112を2114に結合させる。次に、反応容器2

100を高周波供給系(電源2111およびマッチングボックス2110)、原料ガス供給系2117に結合する。それぞれに結合がなされた後に、バルブ2112を開け、排気しながら原料ガスおよび高周波電力を反応容器2100内に供給し円筒状基体2107上に堆積膜形成を行う。堆積膜形成が終了した後、反応容器2100はそれぞれの結合部から再度切り離し、取り出し工程(不図示)へと移動させる。こうして反応容器2100は投入工程、加熱工程、移動工程、成膜工程を連続的に繰り返すことにより光受容部材(感光体ドラム)の量産が可能となる。

【0010】図4は、成膜チャンバー3100の占有時間を短縮するために改善された別の量産装置の模式図である。図4に示す成膜装置においては、まず円筒状基体3107を加熱チャンバー3200にセッティングし、加熱チャンバー3200内を排気する。円筒状基体3107はこの加熱チャンバー内で基体加熱制御手段3108により所望の温度に加熱された後、搬送チャンバー3300により成膜チャンバー3100に搬送され前述と同様に堆積膜形成が行われる。堆積膜形成終了後、搬送チャンバー3400により取り出しチャンバー3500に搬送され光受容部材3600(感光体ドラム)が取り出される。図3及び図4に示されるような量産システムの場合、基体が成膜チャンバーに移動される間に、温度が下がってしまうことや、成膜開始時の初期温度のばらつきなどが発生してしまう可能性がある。特に図3に示す装置の場合、成膜チャンバーでの位置決め作業や各結合部の結合作業が作業者によって所要時間に差がでやすく、管理が難しいという問題がある。反応容器を結合させるまでの時間のばらつきに起因するこうした温度変化を抑えるためには、搬送時間の短縮や、搬送チャンバーにも加熱源を設ける手法が考えられるが、この場合装置構成が複雑となり、実用的でない。

【0011】本発明によれば、反応容器1100がレール上を移動する間にも円筒状基体1107は温度制御できるため、堆積膜開始時の基体の初期温度のばらつきが充分制御可能である。これにより安定して良好な光受容部材(感光体ドラム)の量産が可能である。また、本発明においては、真空搬送機構が不要となるため、初期投資も抑えることができる。さらに、円筒状基体以外の反応容器内の部品(応容器内壁、高周波印加電極1105)なども堆積膜形成以前にレールからの電力供給により容易に加熱可能である。こうした操作を実施することにより、円筒状基体以外の反応容器内の部分の堆積膜の密着性が向上し、反応容器内部の膜はがれに起因する堆積膜中の欠陥の生起が抑えられ、良好な特性を有する光受容部材(感光体ドラム)の量産が可能となる。本発明において、反応容器1100は、高周波電力を印加する電極、原料ガス導入手段および基体加熱制御手段を配置でき、真空維持可能な形態であれば特に形状、材質、

構成などに特に制限はない。特に、円筒状基体全周にわたり均一で良質な堆積膜を形成するためには、例えば図5(A)および図5(B)に示すような構成が好ましい例として考えられる。図5(A)および図5(B)は、それぞれ本発明の反応容器内部の円筒状基体および高周波電力印加電極、原料ガス導入手段の配置の一例を示した水平断面模式図である。図5(A)及び5(B)において、4100は反応容器、4105は高周波電力印加電極、4106は原料ガス導入手段、4107は円筒状基体をそれぞれ示す。また、反応容器1100は移動レール1104上を移動可能でかつ移動レールからの電力供給可能な構成となっていることが必要である。例えば、図1に示すように、反応容器1100に導電体車輪1118を設け、該車輪を介して基体加熱手段1108に電力供給を行うようにすることができる。本発明において、成膜ステージ1203は、成膜チャンバー1101、原料ガス供給系1117、高周波電源1111およびマッチングボックス1111からなる高周波電力供給系から構成される。各供給系は、反応容器1100が排気系1116に連結された位置で、それぞれ反応容器に連結されることが好ましい。さらに、成膜チャンバー1101は、少なくとも各供給系および排気系が連結される時から堆積膜形成が終了し、高周波電源および原料ガスの供給が止めるまでの間、排気処理されていることが安全上好ましい。

【0012】図6は、本発明で作製される光受容部材(電子写真用感光体)の層構成の一例を説明するための模式図である。図6に示す光受容部材500においては、基体501上に、光受容層502が設けられている。該光受容層502は $a-Si:H$ 、Xからなり光導電性を有する光導電層503と、アモルファスシリコン系表面層504と、アモルファスシリコン系電荷注入阻止層505とから構成されている。本発明において、電子写真用感光体の作製に使用される原料ガスとしては、例えばアモルファスシリコン膜を形成する場合には、 SiH_4 、 Si_2H_6 、 Si_3H_8 、 Si_4H_{10} などのガス状態の、または容易にガス化し得る水素化珪素(シラン類)が、 Si 供給用原料ガスとして有効に使用できる。これらの水素化珪素のほかにも、フッ素原子を含む珪素化合物、いわゆるフッ素原子で置換されたシラン誘導体、具体的には、例えば、 SiF_4 、 Si_2F_6 などのフッ化珪素や、 SiH_3F 、 SiH_2F_2 、 $SiHF_3$ などのフッ素置換水素化珪素などのガス状の、または容易にガス化し得る化合物も Si 供給用原料ガスとして使用できる。また、これらの Si 供給用原料ガスは、必要に応じて H_2 、 He 、 Ar 、 Ne などのガスにより希釈して使用してもよい。上述した成膜用の原料ガスに加えて、必要に応じて周期律表第II族または第V族に属する原子を構成原子として有する化合物をドーピング用として用いることができる。例えばホウ素原子(B)をドーパ

トとして用いる場合には、 B_2H_6 、 B_4H_{10} などの水素化硼素、 BF_3 、 BCl_3 などのハロゲン化硼素などの化合物を使用できる。またリン原子をドーパントとして用いる場合には、 PH_3 、 P_2H_4 などの水素化リン、 PH_4I 、 PF_3 、 PCl_3 、 PBr_3 、 PI_3 などのハロゲン化リンなどの化合物も使用できる。

【0013】光導電層503の層厚は、所望の電子写真特性が得られることおよび経済的効果などの点から適宜所望にしたがって決定され、好ましくは $15\sim50\mu m$ 、より好ましくは $20\sim45\mu m$ 、最適には $25\sim40\mu m$ とされるのが望ましい。所望の特性を有する光導電層を形成するには、 Si 供給用原料ガスと希釈ガスとの混合比、反応容器内のガス圧、放電電力ならびに基体温度を適宜設定することが必要である。希釈ガスとして使用する H_2 の流量は、層設計にしたがって適宜最適範囲が選択されるが、 Si 供給用原料ガスに対し H_2 を、通常の場合 $1\sim20$ 倍、好ましくは $2\sim15$ 倍、最適には $3\sim10$ 倍の範囲で変化させる制御をすることが望ましい。放電電力もまた同様に層設計や、成膜装置の形態に依存して適宜最適範囲が選択されるが、充分な堆積速度と膜特性を得るためには、 Si 供給用原料ガスの流量に対する放電電力を、通常の場合 $2\sim20$ 倍、好ましくは $2.5\sim10$ 倍、最適には $3\sim5$ 倍の範囲に設定することが望ましい。さらに、成膜時の基体501の温度は、層設計にしたがって適宜最適範囲が選択されるが、通常の場合、好ましくは $200\sim350^\circ C$ 、より好ましくは $230\sim330^\circ C$ 、最適には $250\sim310^\circ C$ とするのが望ましい。光導電層503を形成するための基体温度、ガス圧の好ましい数値範囲として前記した範囲が挙げられるが、これらの条件は通常は独立的に別々に決められるのではなく、所望の特性を有する光受容部材を作製すべく相互的かつ有機的関連性に基づいて最適値を決めるのが望ましい。

【0014】本発明において使用される円筒状基体としては、導電性でも電気絶縁性であってもよい。具体的な材質としては、 Al 、 Cr 、 Mo 、 Au 、 In 、 Nb 、 Te 、 V 、 Ti 、 Pt 、 Pd 、 Fe などの金属、およびこれらの合金、例えばステンレスなどが挙げられる。また、ポリエステル、ポリエチレン、ポリカーボネート、セルロースアセテート、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、ポリスチレン、ポリアミドなどの合成樹脂のフィルムまたはシート、ガラス、セラミックなどの電気絶縁性基体の少なくとも光受容層を形成する側の表面を導電処理した基体も用いることができる。特にレーザー光などの可干渉性光を用いて像記録を行う場合には、可視画像において現れる、いわゆる干渉縞模様による画像不良をより効果的に解消するために、基体501の表面に凹凸を設けてもよい。基体501の表面に設けられる凹凸は、特開昭60-168156号公報、同60-178457号公報、同60-225854号公報などに記載

された公知の方法により形成できる。また、レーザー光などの可干渉光を用いた場合の干渉縞模様による画像不良をより効果的に解消する別の方法として、基体501の表面に複数の球状痕跡窪みによる凹凸形状を設けてもよい。すなわち、基体501の表面が光受容部材500に要求される解像力よりも微少な凹凸を有し、しかも該凹凸は、複数の球状痕跡窪みによるものである。基体501の表面に設けられる複数の球状痕跡窪みによる凹凸は、例えば、特開昭61-231561号公報に記載された公知の方法により形成できる。

【0015】電荷注入阻止層505は光受容層502が一定極性の帯電処理をその自由表面に受けた際、基体側より光導電層側に電荷が注入されるのを阻止する機能を有し、逆の極性の帯電処理を受けた際にはそのような機能は発揮されない、いわゆる極性依存性を有している。そのような機能を付与するために、電荷注入阻止層505には伝導性を制御する原子を光導電層503に比べ比較的多く含有させる。電荷注入阻止層505に含有される伝導性を制御する原子は、該層中に万遍なく均一に分布されてもよいし、あるいは層厚方向には万遍なく含有されてはいるが、不均一に分布する状態で含有している部分があってもよい。濃度分布が不均一な場合には、基体側に多く分布するように含有させるのが好適である。しかしながら、いずれの場合にも基体の表面と平行面内方向においては、均一な分布で万遍なく含有されることが面内方向における特性の均一化をはかる点からも必要である。電荷注入阻止層505に含有される伝導性を制御する原子としては、半導体分野における、いわゆる不純物を挙げることができ、p型伝導特性を与える周期律表第IIIB族に属する原子（以後「第IIIB族原子」と略記する）またはn型伝導特性を与える周期律表第VB族に属する原子（以後「第VB族原子」と略記する）を用いることができる。第IIIB族原子としては、具体的には、B（ほう素）、Al（アルミニウム）、Ga（ガリウム）、In（インジウム）、Tl（タリウム）などが挙げられ、これらの中特にB、Al、Gaが好適である。第VB族原子としては、具体的にはP（リン）、As（砒素）、Sb（アンチモン）、Bi（ヒスマス）などが挙げられ、これらの中特にP、Asが好適である。電荷注入阻止層505中に含有される伝導性を制御する原子の量としては、所望の目的が効果的に達成できるように適宜決定されるが、好ましくは $10 \sim 1 \times 10^4$ 原子ppm、より好適には $50 \sim 5 \times 10^3$ 原子ppm、最適には $100 \sim 1000$ 原子ppmとされるのが望ましい。さらに、電荷注入阻止層505には、炭素原子、窒素原子および酸素原子の中の少なくとも一種を含有させることによって、該電荷注入阻止層に直接接触して設けられる他の層との間の密着性の向上を図ることができる。該電荷注入阻止層に含有される炭素原子、窒素原子および酸素原子の中の少なくとも一

種は該層中に万遍なく均一に分布されてもよいし、あるいは層厚方向には万遍なく含有されてはいるが、不均一に分布する状態で含有している部分があってもよい。しかしながら、いずれの場合にも基体の表面と平行面内方向においては、均一な分布で万遍なく含有されることが面内方向における特性の均一化を図る点からも必要である。電荷注入阻止層の層厚は所望の電子写真特性が得られること、および経済的効果などの点から好ましくは $0.1 \sim 5 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.3 \sim 4 \mu\text{m}$ 、最適には $0.5 \sim 3 \mu\text{m}$ とされるのが望ましい。

【0016】電荷注入阻止層505を形成する際には、さきに述べた光導電層の場合と同様に、Si供給用原料ガスと希釈ガスとの混合比、反応容器内のガス圧、放電電力ならびに基体501の温度を適宜設定することが必要である。希釈ガスである H_2 および/またはHeの流量は、層設計にしたがって適宜最適範囲が選択されるが、Si供給用原料ガスに対し H_2 および/またはHeを、通常の場合 $1 \sim 20$ 倍、好ましくは $3 \sim 15$ 倍、最適には $5 \sim 10$ 倍の範囲に制御することが望ましい。放電電力もまた同様に層設計や、成膜装置の形態に依存して適宜最適範囲が選択されるが、Si供給用原料ガスの流量に対する放電電力を、通常の場合 $1 \sim 7$ 倍、好ましくは $2 \sim 6$ 倍、最適には $3 \sim 5$ 倍の範囲に設定することが望ましい。さらに、基体501の温度は、層設計にしたがって適宜最適範囲が選択されるが、通常の場合、好ましくは $200 \sim 350^\circ\text{C}$ 、より好ましくは $230 \sim 330^\circ\text{C}$ 、最適には $250 \sim 310^\circ\text{C}$ とするのが望ましい。

【0017】表面層504の構成材料は、アモルファスシリコン系の材料であればいずれのものであってもよい。そうした材料としては、例えば、水素原子（H）および/またはハロゲン原子（X）を含有し、さらに炭素原子を含有するアモルファスシリコン（以下「a-SiC:H, X」と表記する）、水素原子（H）および/またはハロゲン原子（X）を含有し、さらに酸素原子を含有するアモルファスシリコン（以下「a-SiO:H, X」と表記する）、水素原子（H）および/またはハロゲン原子（X）を含有し、さらに窒素原子を含有するアモルファスシリコン（以下「a-SiN:H, X」と表記する）、水素原子（H）および/またはハロゲン原子（X）を含有し、さらに炭素原子、酸素原子および窒素原子の中の少なくとも二種を含有するアモルファスシリコン（以下「a-Si:C, O, N:H, X」と表記する）などが挙げられる。中でも、a-SiCを主成分とする材料が好ましい。これらの他アモルファスカーボン（a-C）であってもよい。表面層504は、所望特性が得られるように適宜成膜パラメータの数値条件が設定されて形成されるが、光受容部材の生産性の観点から光導電層および電荷注入阻止層と同様の成膜法によることが好ましい。表面層504の形成において使用される

Si 供給用原料ガスとなり得る物質としては、SiH₄、Si₂H₆、Si₃H₈、Si₄H₁₀などのガス状態の、またはガス化し得る水素化珪素（シラン類）が挙げられ、これらの中、さらに層作製時の取り扱い易さ、Si 供給効率の良さなどの点でSiH₄およびSi₂H₆が好ましいものである。また、これらのSi 供給用原料ガスを必要に応じてH₂、He、Ar、Neなどのガスにより希釈して使用してもよい。炭素（C）供給用原料ガスとなり得る物質としては、CH₄、C₂H₆、C₃H₈、C₄H₁₀などのガス状態の、またはガス化し得る炭化水素が有効に使用されるものとして挙げられる。これらの中、さらに層形成時の取り扱い易さ、C 供給効率の良さなどの点でCH₄、C₂H₆が好ましいものである。また、これらのC 供給用原料ガスを必要に応じてH₂、He、Ar、Neなどのガスにより希釈して使用してもよい。表面層504の層厚としては、通常0.01~3μm、好適には0.05~2μm、最適には0.1~1μmとされるのが望ましい。層厚が0.01μmよりも薄いと光受容部材を使用中に摩耗などの理由により表面層が失われてしまい、3μmを越えると残留電位の増加などの特性の低下がみられることがある。本発明は、上述した阻止型の光受容部材の他、高抵抗型光受容部材、機能分離型光受容部材などの複写機、プリンター等に使用する光受容部材の他、いずれのデバイスの作製にも応用可能である。

【0018】

【実施例】以下、実施例に基づき本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらによってなんら限定されるものではない。

【0019】

【実施例1】図1に示す本発明の装置を用いて、投入ステージから反応容器を切り離してから成膜ステージに結合し、原料ガスを流しプラズマを形成するまでに要した時間を計測した。即ち、A~Jまでの10人の作業員にそれぞれ上記の作業を行ってもらい、それぞれにかかった時間を計測した。

【0020】

【比較例1】ルールのない図3に示した装置を用い、実施例1と同様に投入ステージから反応容器を切り離してから成膜ステージに結合し、原料ガスを流しプラズマを形成するまでに要した時間を計測した。即ち、実施例1と同じA~Jまでの10人の作業員にそれぞれ上記の作業を行ってもらい、それぞれにかかった時間を計測した。なお、成膜ステージと投入ステージの距離は実施例1と同じとした。

【0021】実施例1および比較例1で得られた結果を表1に示す。表1に示す結果からして明かなように、本発明の方式による実施例1では、比較例1に比べて反応容器を移動し成膜ステージに結合するまでの時間が短縮されることがわかる。また、作業員による時間差も本

発明の方式による実施例1では、短縮されることがわかる。

【0022】

【実施例2】外径80mm、長さ358mm、厚さ5mmのアルミニウムシリンダーを鏡面加工し、脱脂洗浄したものを円筒状基体として使用し、図1の本発明の装置を用いて、先に述べた手順により、表2に示した条件で図6に示す電荷注入阻止層、光導電層、表面層からなる層構成の阻止型の電子写真用光受容部材（以後「ドラム」という）を連続30サイクル形成した。作製したドラムを電子写真装置（キヤノン製NP6750をテスト用に改造）にセットして、以下の電子写真特性の評価を以下の方法で行った。

感度…電子写真用光受容部材を、一定の暗部表面電位に帯電させる。そして直ちに光像を照射する。光像はキセノンランプ光源を用い、フィルターを用いて600nm以上の波長域の光を除いた光を照射する。この時表面電位計により光受容部材の明部表面電位を測定する。明部表面電位が所定の電位になるよう露光量を調整し、この時の露光量をもって感度とする。作製した上記ドラムのそれぞれについて上記手法で感度の評価を行い、基準値からのばらつきを図7のグラフに示した。

【0023】

【比較例2】実施例2と同様に、外径80mm、長さ358mm、厚さ5mmのアルミニウムシリンダーを鏡面加工し、脱脂洗浄したものを基体として使用し、図3の従来の装置を用いて、表2に示した条件で、図6に示す電荷注入阻止層、光導電層、表面層からなる層構成の阻止型のドラムを連続30サイクル形成した。作製したドラムのそれぞれについて、実施例2と同様にして感度を評価し、感度のばらつきを図8のグラフに示した。

【0024】図7（実施例2の評価結果）および図8（比較例2の評価結果）からして明かなように、本発明の方式で作製したドラムは、従来の方式に比べ感度のばらつきが改善されたことがわかる。

【0025】

【実施例3】本実施例では、図1の本発明の量産装置を用い、実施例2と同様にアモルファスシリコンドラムを作製した。なお、本実施例では、反応容器がルール上で円筒状基体の温度制御を行うと同時に、反応容器内壁、高周波電極にも電力供給を行い、それぞれを200℃に温度制御を行った。こうして作製したドラムを電子写真装置（キヤノン製NP6750をテスト用に改造）にセットして、電子写真特性および画像性の評価を以下の方法で行った。

帯電能温度特性…ドラムを一定の暗部表面電位に帯電させ、ドラムの温度を室温から約45℃まで変えて帯電能を測定し、このときの温度1℃当たりの帯電能の変化を測定した。

画像欠陥…キヤノン製中間調チャート（部品番号：FY

13

9-9042)を原稿台に置き、コピーしたときに得られたコピー画像の同一面積内にある直径0.5mm以下の白点について、その数を数えた。

【0026】

【比較例3】比較例においては、反応容器内壁、高周波電極に電力供給を行わず、温度制御を行わない以外は実施例2と同様にしてアモルファスシリコンドラムを作製した。得られたドラムのそれぞれについて実施例3と同様にして評価した。その結果、実施例3で作製したドラムは、比較例3で作製したドラムに比べて、帯電能温度特性および画像欠陥レベルが2割程度向上したものであることがわかった。

【0027】

【実施例4】本実施例では、図1の本発明の量産装置を用い、図5(A)に示した構成の反応容器に外径80mm、長さ358mm、厚さ5mmのアルミニウムシリンダーを鏡面加工し、脱脂洗浄したものを基体として使用*

14

*しセットしたものと、図5(B)に示した構成の反応容器に外径60mm、長さ358mm、厚さ5mmのアルミニウムシリンダーを鏡面加工し、脱脂洗浄したものを基体として使用しセットしたものを交互に用い、表2に示した条件で、図6に示す構成で外径の異なるアモルファスシリコンドラムを1サイクル毎に連続して30サイクル作製した。

【0028】

【比較例4】図4に示した従来の量産装置を使用し、実施例4におけると同様にして、複数のアモルファスシリコンドラムを作製した。その結果、従来装置を用いた比較例4においては、段取り替えを含め、実施例4と同等本数を作製するのに要した時間はおよそ1.5倍であった。

【0029】

【表1】

作業員	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	平均	δT
実施例1	29.5	29.5	30.0	29.8	29.9	30.0	29.5	29.5	29.6	29.9	29.7	0.5
比較例1	42.5	45.0	48.0	48.0	46.7	50.8	43.6	44.4	52.5	48.2	47.0	10.0

※ δT ＝最大所要時間－最小所要時間

【0030】

※ ※【表2】

	阻止層	光導電層	表面層
原料ガス流量 (sccm)	SiH ₄ 300 H ₂ 100 B ₂ H ₆ 500ppm (SiH ₄ に対して)	SiH ₄ 300 B ₂ H ₆ 1.5ppm (SiH ₄ に対して)	SiH ₄ 30 H ₂ 100 CH ₄ 500
高周波電力 (W)	3000	3000	3000
高周波周波数	106MHz	106MHz	106MHz
内圧 (mTorr)	10	10	10

【0031】

【発明の効果】本発明によれば、製造タクトを向上させ、効率よくプラズマ処理(例えば、光受容部材の量産)をすることができる。さらに、移動レールを通電させ、その電力を用いて基体(例えば、円筒状基体)を温度制御することにより、反応容器の移動中の基体の温度変化が抑えられ、プラズマ処理(例えば、成膜)開始時の基体の温度がロット毎でばらつきが少なくなり、特性のばらつきが低減できる。さらに、反応チャンバー内壁、高周波印加電極なども温度制御することにより、反応容器内の堆積膜の密着性向上、ベーキング効果による不純物の低減など、原因は不明確ではあるが、画像欠陥が少なく、帯電能温度特性が向上したアモルファスシリコンドラムの形成が可能となる。本発明によれば、安価で効率よく★50

★プラズマ処理を行うことができ、具体的な例では、直径の異なるアモルファスシリコン感光体を安価で効率よく製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のプラズマ処理装置の一例を示す模式図である。

【図2】本発明のプラズマ処理装置の他の一例を示す模式図である。

【図3】プラズマ処理装置の一例を説明するためのもの模式図である。

【図4】プラズマ処理装置の他の一例を説明するための模式図である。

【図5】本発明の反応容器の内部構成の一例を示した水平断面模式図である。

15

16

【図6】光受容部材の一つとして電子写真用光受容部材の一例の層構成を示す断面模式図である。

【図7】実施例2で作製した光受容部材（感光体ドラム）についての感度の評価結果を示すグラフである。

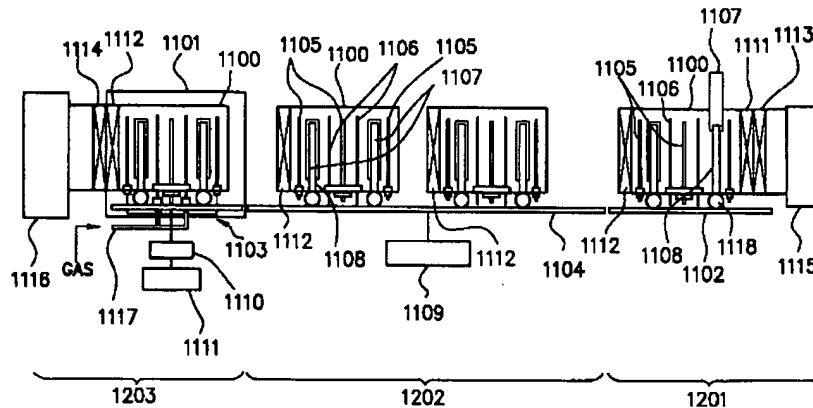
【図8】比較例2で作製した光受容部材（感光体ドラム）についての感度の評価結果を示すグラフである。

【符号の説明】

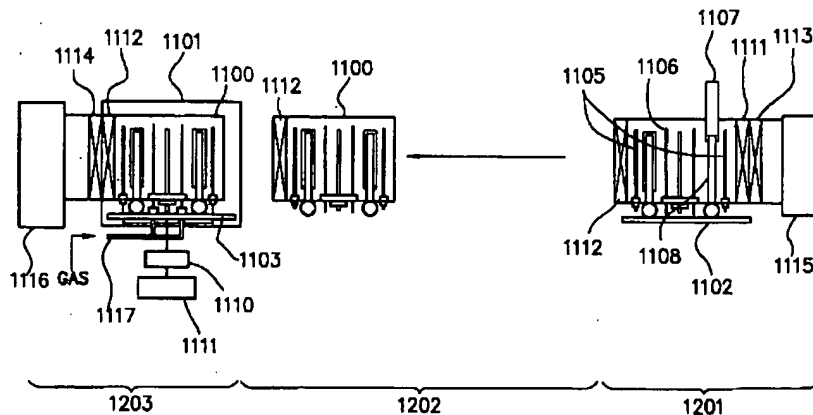
1100, 2100, 4100 反応容器
1201, 2101 投入ステージ
1101, 2101, 3100 成膜チャンバー
1202, 2102 移動ステージ
1203, 2103 成膜ステージ
1104 移動レール
1105, 2105, 3105, 4105 高周波印加電極
1106, 2106, 3106, 4106 原料ガス導入手段
1107, 2107, 3107, 4107 円筒状基体

1108, 2108, 3108 基体温度制御手段
1109 電源
1110, 2110, 3110 マッチングボックス
1111, 2111, 3111 高周波電源
1112~1114, 2111~2114, 3201, 3301, 3401, 3501 バルブ
1115, 1116, 2115, 2116 排気装置
1117, 2117, 3117 原料ガス供給系
3300, 3400 搬送チャンバー
10 3500 取り出しチャンバー
3600 感光体ドラム
500 電子写真用光受容部材（感光体）
501 支持体
502 光受容層
503 光導電層
504 表面層
505 電荷注入阻止層

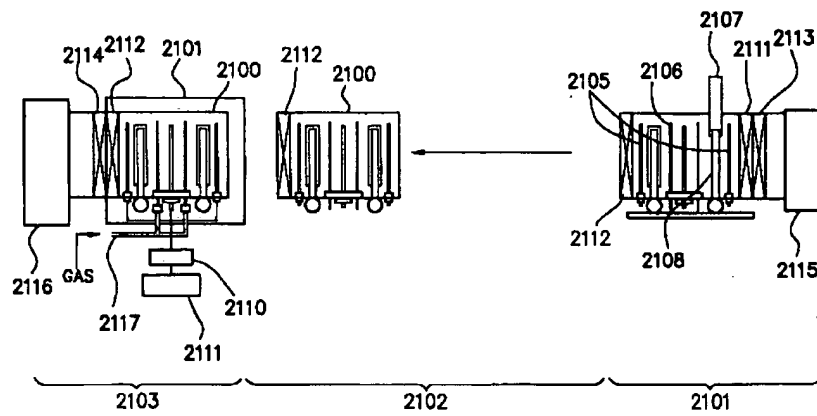
【図1】



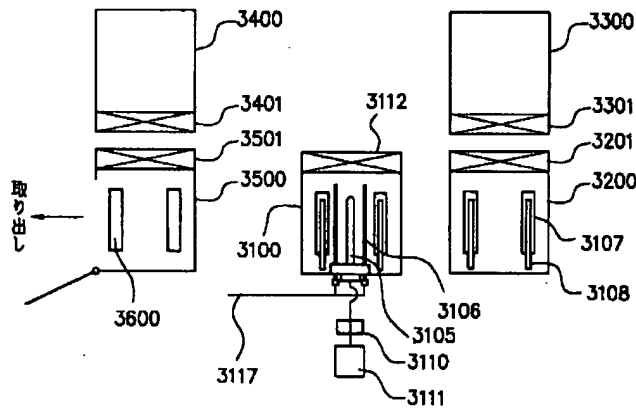
【図2】



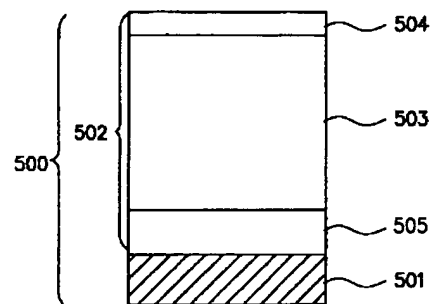
【図3】



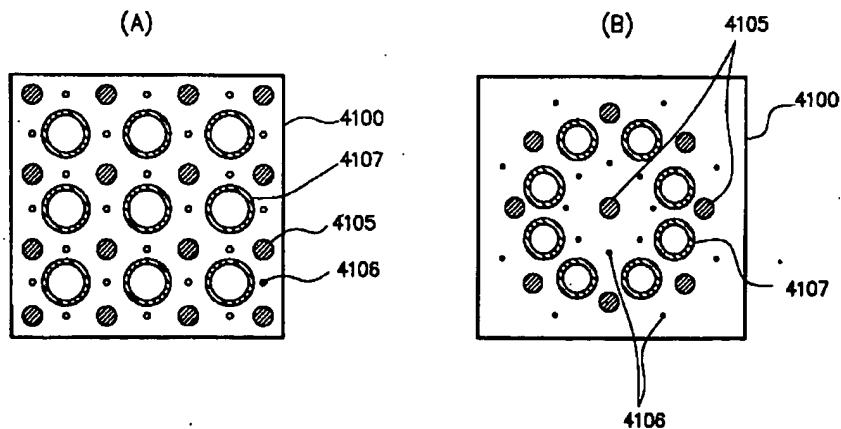
【図4】



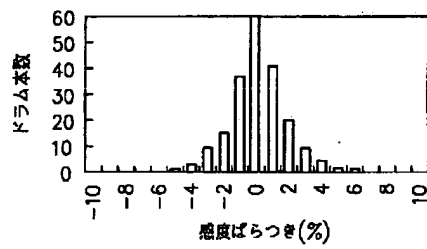
【図6】



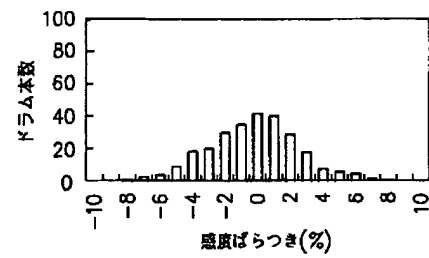
【図5】



【図7】



【図8】



フロントページの続き

(72)発明者 高田 和彦
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(72)発明者 白砂 寿康
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内

(72)発明者 青池 達行
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ
ノン株式会社内